

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenl gungsschrift**
⑪ **DE 3129848 A1**

⑤① Int. Cl. 3:
B 01 D 53/26
B 01 J 20/30
B 01 J 20/20
B 01 J 20/04

②① Aktenzeichen:
②② Anmeldetag:
②③ Offenlegungstag:

P 31 29 848.6
29. 7. 81
17. 2. 83

⑦① Anmelder:
Bergwerksverband GmbH, 4300 Essen, DE

⑦② Erfinder:
Knoblauch, Karl, Dr.-Ing. Dr., 4300 Essen, DE; Reinke,
Martin, Dr.rer.nat. Dr., 4600 Dortmund, DE; Tarnow,
Ferdinand, 4100 Duisburg, DE

Deutsches Eigentum

Rechercheantrag gem. § 43 Abs. 1 Satz 1 PatG ist gestellt

⑤④ **Verfahren zum Trocknen feuchter Gase, insbesondere Luft**

Bei einem Verfahren zum Trocknen feuchter Gase, insbesondere Luft, mit einem Adsorptionsmittel und Regenerieren des mit Feuchtigkeit beladenen Adsorptionsmittels wird feuchtes Gas über eine mit einem hygroskopischen Salz imprägnierte, kohlenstoffhaltige Adsorptionsmittelschüttung geleitet. Durch Anlegen einer Wechselspannung an die beladene, elektrisch leitende Adsorptionsmittelschüttung wird diese aufgeheizt und die Feuchtigkeit entfernt, worauf das getrocknete Adsorptionsmittel im Kreislauf wieder mit feuchtem Gas beaufschlagt wird. Hierdurch ist eine wiederholte Verwendung des Adsorptionsmittels möglich. Bevorzugtes Adsorptionsmittel ist Aktivkohle, die mit einer 5 bis 20 Gew.-%igen, vorzugsweise einer 10 Gew.-%igen Lösung eines hygroskopischen Salzes imprägniert ist. Gute Ergebnisse werden nach Imprägnierung mit einer 10 Gew.-%igen Calciumchlorid-Lösung erhalten.
(31 29 848)

DE 3129848 A1

DE 3129848 A1

3129848

20.07.81

BERGWERKSVERBAND GMBH

VERSUCHSBETRIEBE DER BERGBAU-FORSCHUNG

4300 Essen 13 (Kray), 20.07.1981

Franz-Fischer-Weg 61
Telefon (0201) 105-1

A8/Str-Be

Verfahren zum Trocknen feuchter Gase, insbesondere Luft

Patentansprüche

5

10

15

20

1. Verfahren zum Trocknen feuchter Gase, insbesondere Luft, mit einem Adsorptionsmittel und Regenerieren des mit Feuchtigkeit beladenen Adsorptionsmittels, dadurch gekennzeichnet, daß
 - a. feuchtes Gas über eine mit einem hygroskopischen Salz imprägnierte, kohlenstoffhaltige Adsorptionsmittelschüttung geleitet wird,
 - b. durch Anlegen einer Wechselspannung an die beladene, elektrisch leitende Adsorptionsmittelschüttung diese aufgeheizt und die Feuchtigkeit entfernt wird,
 - c. das getrocknete Adsorptionsmittel wieder mit feuchtem Gas beaufschlagt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als kohlenstoffhaltiges Adsorptionsmittel Aktivkohle verwendet wird.

29.07.81

- 2 -

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das kohlenstoffhaltige Adsorptionsmittel mit einer 5-bis 20-gew.-%igen, vorzugsweise 10-gew.-%igen, Lösung eines hygroskopischen Salzes imprägniert wird.

5

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das kohlenstoffhaltige Adsorptionsmittel mit einer 10-gew.-%igen Calciumchlorid-Lösung imprägniert wird.

- 3 -

Die Erfindung betrifft ein Verfahren gemäß dem Oberbegriff des Anspruches 1.

5 Eine Trocknung feuchter Gase oder Gasgemische ist beispielsweise als Vorbehandlung für eine adsorptive Trennung von Gasgemischen in ihre Bestandteile in Druckwechselprozessen erforderlich.

10 Es ist bekannt, feuchte Gase oder Gasgemische durch eine Sorptionsbehandlung in der flüssigen Phase, beispielsweise durch eine Wäsche mit Schwefelsäure, oder durch eine Feststoffreaktion mit einem Adsorptionsmittel, beispielsweise mit Silikagel, silikatischen Molekularsieben oder anorganischen Salzen, zu trocknen (Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 3. Auflage (1951), Bd. 1, Seite 329 ff.).
15 Eine Regenerierung der bekannten Trocknungsmittels ist jedoch entweder gar nicht, wie beispielsweise beim Phosphorpentoxid, oder nur mit großem Aufwand möglich.

20 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Trocknung feuchter Gase oder Gasgemische, insbesondere feuchter Luft, und die Regenerierung des verwendeten Trocknungsmittels soweit zu vereinfachen, daß sie mit geringstem Aufwand möglich ist.

25 Diese Aufgabe wird mit einem Verfahren gemäß dem Kennzeichen des Anspruches 1 gelöst.

30 Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß auch eine Schüttung aus einem kohlenstoffhaltigen Adsorptionsmittel einen guten elektrischen Leiter darstellt, der durch das Anlegen einer Wechselspannung wie ein Heizwiderstand direkt aufgeheizt

29.07.61

- 4 -

werden kann. Geeignete Wechselspannungen haben eine Frequenz von etwa 30 - 80 Hz und eine Spannung von etwa 30 - 380 Volt. Auf diese Weise wird das aufgenommene Wasser wieder aus der Adsorptionsmittelschüttung entfernt. Als
5 ein bevorzugtes Adsorptionsmittel werden Aktivkohlen verwendet, die beispielsweise aus Steinkohle nach bekannten Verfahren hergestellt sein können.

Im Normalfall ist jedoch die Wasseraufnahmefähigkeit von
10 Aktivkohlen oder anderen kohlenstoffhaltigen Adsorptionsmitteln für eine ausreichende Trocknung feuchter Gase zu klein, und außerdem ist die Adsorptionsgeschwindigkeit bei der Wasseraufnahme zu niedrig. Erfindungsgemäß werden daher die kohlenstoffhaltigen Adsorptionsmittel mit einer 5- - 20-
15 gew.-%igen, vorzugsweise einer 10-gew.-%igen, Lösung eines hygroskopischen Salzes imprägniert, wobei bevorzugt eine 10-gew.-%ige Calciumchlorid-Lösung angewendet wird. Da die Salzlösung bei der Imprägnierung weit in das innere Poren-
gefüge der Adsorptionsmittel, beispielsweise der Aktivkohlen,
20 eindringt, wird eine Verteilung der hygroskopischen Salze auf der großen inneren Oberfläche der Aktivkohlen erreicht.

Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß selbst bei einer mehrfachen Folge von Beladungs- und Regenerierungs-
25 zyklen es zu keiner Ausspülung der einmal imprägnierten Adsorptionsmittel kommt.

Als hygroskopische Salze sind beispielsweise unter anderem Calciumchlorid oder Magnesiumchlorid geeignet.

30 Neben feuchter Luft können mit dem erfindungsgemäßen Verfahren auch andere feuchte Gase oder Gasgemische getrock-

- 5 -

net werden. Dies gilt beispielsweise für Kohlenwasserstoffe, Kohlenwasserstoffgemische, wie z. B. Brenngase, oder auch für Wasserstoff-, Sauerstoff- oder Stickstoffgas. Auf diese Weise ist das erfindungsgemäße Verfahren beispielsweise anwendbar auf die Erdgastrocknung vor der Einspeisung in
5 Pipelines, die Schutzgastrocknung für die Metallbearbeitung, z. B. auf Argon oder Stickstoff, und auch auf Abfüllstationen von Druckflaschen, beispielsweise für CO_2 , kann zur Entfernung der Restfeuchte im Gas die erfindungsgemäße Trocknung vorgeschaltet werden.

10 Ein geeigneter Adsorber für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht aus einem elektrisch-nicht leitenden, temperaturbeständigen Material, z. B. Keramik oder Glas, in dessen Wand die in die Adsorptionsmittelschüttung hineinragenden Elektroden angebracht sind, z. B.
15 durch Einschmelzen in das Wandmaterial.

Ein besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens ist die gute Regenerierbarkeit und die damit verbundene wiederholte Verwendung des einmal imprägnierten kohlenstoffhaltigen Adsorptionsmittels.
20

Die Imprägnierung geschieht zweckmäßigerweise wie folgt:

25 Das kohlenstoffhaltige Adsorptionsmittel wird zunächst in einen geschlossenen Behälter eingebracht, der dann auf einen Druck bis zu etwa (20 Torr) evakuiert wird. Darauf wird der Behälter mit der wässrigen Lösung des hygroskopischen Salzes geflutet, wobei die Salzlösung tief in das Porengefüge des Adsorptionsmittels eindringt. Nach Ablassen der
30 restlichen Salzlösung wird der Vorgang der Evakuierung, des Flutens und des Ablassens der Salzlösung bis zu dreimal

29.07.81

- 6 -

wiederholt. Anschließend wird das getränkte Adsorptionsmittel in einen mit Elektroden zum Anlegen einer Wechselspannung versehenen Adsorber eingefüllt.

5

Beispiel 1

10 Gew.-Teile einer Aktivkohle mit einem Aktivierungsgrad von 20, einem Schüttgewicht von 0,7 kg/l, einer Korngröße von 1,5 mm Durchmesser, einem Porenvolumen von etwa 3,5 cm³/g (aus den Dichten errechnet) und einer Methanol-Sättigungsadsorption von 2,1 cm³/g, die wie vorstehend beschrieben dreimal mit jeweils 5 Vol.-Teilen einer 10 Gew.-
15 %igen Calciumchlorid-Lösung imprägniert ist, wird in einen mit Elektroden versehenen Adsorber eingefüllt und durch Anlegen einer Wechselspannung von etwa 40 Volt bei einer Frequenz von etwa 50 Hz, wodurch die Adsorptionsmittelschüttung aufgeheizt wird, durch Abdampfen des Wassers getrocknet. Der Adsorber besteht aus einem 100 cm langen Keramikrohr mit einem Durchmesser von 7,5 cm. Am Anfang und Ende dieses Keramikrohres ist je eine Elektrode so in das Keramikmaterial eingeschmolzen, daß die inneren Enden in die
20 im Rohr befindliche Aktivkohleschüttung hineinragen. Die Wechselspannung wird an den äußeren Enden der Elektroden angelegt. Der beim Erhitzen gebildete Wasserdampf wird mit einem trockenen Gasstrom abgeführt. Damit ist der Adsorber zum Trocknen von beispielsweise feuchter Luft vorbereitet.

30

Wird nun Raumluft mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 10 - 11 g Wasser/m³ (in einem Strom von 2 m³/h durch den Adsor-

- 7 -

ber geleitet, so liegt der Taupunkt der getrockneten Luft, nachdem eine Luftmenge, die etwa dem 10^4 -fachen des Adsorptionsmittelvolumens entspricht, durch den Adsorber geleitet worden ist, bei etwa -60°C .

5 Wird zum Vergleich die gleiche Raumluft durch eine nicht imprägnierte Adsorptionsmittelschüttung geleitet, so hat die getrocknete Luft zwar anfangs noch einen Taupunkt von etwa -60°C . Nachdem aber eine Luftmenge, die etwa dem 700-
10 fachen des Adsorptionsmittelvolumens entspricht, durch den Adsorber geströmt ist, steigt der Taupunkt bereits auf 0°C an.

15

Beispiel 2

10 Gew.-Teile einer für die Wasserreinigung geeigneten Aktivkohle mit einem Aktivierungsgrad von 40, einem Schüttgewicht von 0,4 kg/l, einer Korngröße von 1,0 mm Durchmesser, einem Porenvolumen von etwa $5,1 \text{ cm}^3/\text{g}$ werden, wie vor-
20 stehend beschrieben, dreimal mit jeweils 5 Vol.-Teilen einer 10 Gew.-%igen Calciumchlorid-Lösung imprägniert, in den Adsorber eingefüllt und, wie in Beispiel 1 beschrieben, ge-
25 trocknet.

Wird durch den Adsorber anschließend Raumluft mit 10 - 11 g Wasser/ m^3 geleitet, so liegt der Taupunkt der getrockneten Luft, nachdem eine Luftmenge, die etwa dem 8×10^3 -fachen
30 des Adsorptionsmittelvolumens entspricht, durch den Adsorber geleitet worden ist, bei -60°C .

29-07-61

- 8 -

Beispiel 3

- 10 Gew.-Teile eines Formkokses (Schwelgut) mit einem Aktivierungsgrad 0, einem Schüttgewicht von 0,65 kg/l, einer Korngröße von 4 mm Durchmesser, einem Porenvolumen von etwa 0,8 cm³/g werden, wie vorstehend beschrieben, dreimal mit jeweils 5 Vol.-Teilen einer 10 Gew.-%igen Magnesiumchlorid-Lösung imprägniert, in den Adsorber eingefüllt und, wie in Beispiel 1 beschrieben, getrocknet.
- 10 Wird durch den Adsorber anschließend Raumluft mit 10 - 11 g Wasser/m³ geleitet, so liegt der Taupunkt der getrockneten Luft, nachdem eine Luftmenge, die etwa dem 2 x 10³-fachen des Adsorptionsmittelvolumens entspricht, durch den Adsorber geleitet worden ist, bei -60°C.

DOCKET NO.
APPLIC. NO.
APPLICANTA.C. [illegible]
[illegible]
[illegible]
[illegible]
[illegible]

DOCKET NO.: ETP01P16158

APPLIC. NO.:

APPLICANT: Egon Feisthommel et al.

Lerner and Greenberg, P.A.

P.O. Box 2480

Hollywood, FL 33022

Tel.: (954) 925-1100

Process for drying humid gases, in particular air

Patent Number: DE3129848
Publication date: 1983-02-17
Inventor(s): REINKE MARTIN DR RER NAT DR (DE); KNOBLAUCH KARL DR ING DR (DE);
TARNOW FERDINAND (DE)
Applicant(s): BERGWERKSVERBAND GMBH (DE)
Requested Patent: DE3129848
Application Number: DE19813129848 19810729
Priority Number (s): DE19813129848 19810729
IPC Classification: B01D53/26; B01J20/30; B01J20/20; B01J20/04
EC Classification: B01D53/26B, B01J20/20, B01J20/34C
Equivalents:

Abstract

In a process for drying humid gases, in particular air, with an adsorbent and regeneration of the adsorbent charged with moisture, humid gas is passed over a carbon-containing adsorbent packing impregnated with a hygroscopic salt. By applying an alternating voltage to the laden electrically conducting adsorbent packing, this is heated and the moisture is removed, whereupon the dried adsorbent is again charged with humid gas in the circulation. As a result, repeated use of the adsorbent is possible. A preferred adsorbent is activated charcoal which is impregnated with a 5 to 20% strength by weight, preferably a 10% strength by weight, solution of a hygroscopic salt. Good results are obtained after impregnation with a 10% strength by weight calcium chloride solution.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

DOCKET NO: 27PO1P16158

SERIAL NO: _____

APPLICANT: Egon Feisthammel et al.

LERNER AND GREENBERG P.A.

P.O. BOX 2480

HOLLYWOOD, FLORIDA 33022

TEL. (954) 925-1100